

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-017336

(43)Date of publication of application : 18.01.2000

(51)Int.Cl.

C21D 8/12
// C22C 38/00
C22C 38/02

(21)Application number : 10-196545

(22)Date of filing : 26.06.1998

(71)Applicant : SUMITOMO SPECIAL METALS CO LTD

(72)Inventor : YAMASHITA OSAMU
MAKITA AKIRA
NOMI MASAO
SAIGO TSUNEKAZU

(54) PRODUCTION OF SENDUST THIN SHEET

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily mass-produce a thin sheet having excellent magnetic properties by executing cold rolling using a sintered body or the like of silicon steel having specified average crystal grain size as the stock, impregnating this rolling stock with Al and executing annealing.

SOLUTION: A sintered body or a melted lump of silicon steel of $\leq 300 \mu\text{m}$ average crystal grain size in which the content of Si in Fe is controlled to, by weight, 8.3 to 11.7% and Al to 0 to 2.0% is used as the stock, and this is subjected to cold rolling. The stock sintered body is composed of the one of $\leq 5 \text{ mm}$ thickness produced by a powder metallurgy method of executing molding by powder injection molding or the like or a hot molding method such as hot press or the like, and the stock melted lump is the one of $\leq 5 \text{ mm}$ thickness cast by a water cooled type mold in which casting thickness is $\leq 5 \text{ mm}$. On both sides of this rolling stock, Al is deposited or film-formed, which is thereafter diffused into the inside by heat treatment, and, simultaneously, the crystal grain size is coarsened to obtain a sendust thin sheet of, by weight, about 2 to 6% Al, about 8 to 11% Si, and the balance Fe.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2000-17336

(P 2 0 0 0 - 1 7 3 3 6 A)

(43) 公開日 平成12年1月18日(2000.1.18)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テ-マコード	(参考)
C21D 8/12		C21D 8/12		G
// C22C 38/00	303	C22C 38/00	303	T
	304		304	
38/02		38/02		

審査請求 未請求 請求項の数 7 F D (全12頁)

(21) 出願番号 特願平10-196545

(22) 出願日 平成10年6月26日(1998.6.26)

(71) 出願人 000183417

住友特殊金属株式会社

大阪府大阪市中央区北浜4丁目7番19号

(72) 発明者 山下 治

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72) 発明者 槇田 顕

大阪府三島郡島本町江川2丁目15-17 住

友特殊金属株式会社山崎製作所内

(74) 代理人 100073900

弁理士 押田 良久

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 センダスト薄板の製造方法

(57) 【要約】

【課題】 薄板が製造困難で積層鉄心などを構成することができなかったセンダストを冷間圧延により作製が可能で、しかも非常に優れた磁気特性を有するセンダスト薄板が得られる製造方法の提供。

【解決手段】 予め平均結晶粒径を微細化し、圧延前の板厚を薄くして厚み5mm以下の薄板状の珪素鋼の焼結体あるいは溶解塊を作製し、かつ薄板の平行度を上げることにより、結晶粒界の滑り性が向上し、冷間圧延と打抜き加工が可能となり、さらに圧延後該薄板の両面にAlを蒸着した後、熱処理によってAlを該薄板の内部まで拡散浸透させると同時に結晶粒径を粗大化させることにより、溶製材と同等の優れた磁気特性を有するセンダスト薄板が得られる。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 平均結晶粒径 $300\mu\text{m}$ 以下の珪素鋼の焼結体あるいは溶解塊を素材としてこれを冷間圧延し、圧延材にAlを含浸させた後、焼き鈍しを施して磁気特性の優れたセンダスト薄板を得るセンダスト薄板の製造方法。

【請求項2】 請求項1において、素材の成分は、Fe中のSi含有量が8.3～11.7wt%であるセンダスト薄板の製造方法。

【請求項3】 請求項1において、素材の成分は、Fe中のSi含有量が8.3～11.7wt%、Al含有量が0～2.0wt%であるセンダスト薄板の製造方法。

【請求項4】 請求項1において、得られたセンダスト薄板の成分は、Si:8～11wt%、Al:2～6wt%、残部Fe及び不可避免的な不純物であるセンダスト薄板の製造方法。

【請求項5】 請求項1において、素材の焼結体は、粉末射出成形、圧粉成形、スリップキャスト法により成形して焼結する粉末冶金法、またはホットプレスやプラズマ焼結等の熱間成形法にて作製した、微細な結晶粒径を有し、かつ厚み5mm以下の焼結体であるセンダスト薄板の製造方法。

【請求項6】 請求項1において、素材の溶解塊は、鋳込み厚みが5mm以下の水冷鋳型に溶解珪素鋼を流し込み、鋳造した厚み5mm以下の溶解塊であるセンダスト薄板の製造方法。

【請求項7】 請求項1において、Alの含浸方法としては、珪素鋼の圧延材の両面にAlを被着または成膜した後、熱処理により含浸させるセンダスト薄板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 この発明は、圧延の困難なFe-Si-Al合金（センダスト）の薄板の製造方法に係り、予め平均結晶粒径が小さく、厚み5mm以下の薄板状の珪素鋼の焼結体あるいは溶解塊を作製し、結晶粒界の滑り性を向上させることにより、これを素材としてそのまま冷間圧延することを可能にし、さらに圧延後の薄板両面にAlを付着させた後、熱処理することにより該薄板の内部まで拡散浸透させ、所要組成からなる極薄のセンダスト薄板を得る製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 センダストは、透磁率が高いために軟質磁性材料としては非常に優れているが、非常に脆くかつ硬いために、従来よりセンダスト薄板の製造は困難とされてきた。

【0003】 このためにセンダストの所要成分よりFeが少ない含有量のインゴットを作製した後、粉碎し、該粉碎粉にFe粉を添加して所要組成にして該Fe粉にバインダーの役目をさせて、圧延、熱処理を繰り返して、

厚みが0.35mm程度のセンダスト薄板を製造する方法(H. H. Helms and E. Adams: J. Appl. Phys. 35 (1964) 3) が提案された。

【0004】 上記の粉末冶金を用いた方法は、添加元素の拡散が不十分なために、磁気特性を低下させるという問題があり、汎用されるには至らなかった。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 このために、欠陥の少ないセンダストの結晶を作製し、これを薄く切断加工したり、スパッター法により所要基板上に蒸着させてセンダスト薄板となし、VTR用磁気ヘッドとしてその優れた機能を利用している。

【0006】 すなわち、従来は、製造に際して多大の手間を要して量産が困難なため、センダスト薄板の生産量は非常に少なく、また用途が限られているのが現状である。

【0007】 この発明は、センダスト薄板が製造困難で積層鉄心などを構成することができなかった現状に鑑み、冷間圧延によりセンダスト薄板の作製が可能であり、しかも非常に優れた磁気特性を有するセンダスト薄板が得られる、センダスト薄板製造方法の提供を目的としている。

【0008】

【課題を解決するための手段】 発明者らは、Fe-Si-Al合金とは別に、Si含有量が3wt%以上の珪素鋼板を冷間圧延可能にすることを目的に、冷間圧延性の良好な珪素鋼の製造方法について種々検討した結果、平均結晶粒径のサイズに着目し、従来の溶融徐冷した珪素鋼よりも微細化した平均結晶粒径の鋼材を作製し、冷間圧延することにより圧延が可能であり、また特に該鋼材の板厚を5mm以下とし、さらに平行度を0.5mm以下とすることによって比較的容易に圧延できることを知見した。

【0009】 また、発明者らは、Fe中のSi含有量3～10wt%の珪素鋼板の冷間圧延による製造方法において、圧延前の珪素鋼として平均結晶粒径が $300\mu\text{m}$ 以下に微細化された焼結体もしくは溶解急冷薄板を使用することにより、結晶粒界の滑り性を著しく向上させることができ、冷間圧延が可能になると同時に非常に薄い板厚で、しかも非常に優れた磁気特性を有する圧延珪素鋼板の製造方法を開示した。

【0010】 さらに発明者らは、Fe-Si-Al合金を製造することを目的に、微細な平均結晶粒径を有する珪素鋼の焼結体あるいは溶解塊からなる素材を冷間圧延して得た珪素鋼板の両面に、Alを種々の条件で蒸着させた後、熱処理することにより、その表面からAlが内部まで拡散し、また透磁率も珪素鋼板に比べて飛躍的に向上して磁気特性の優れたセンダスト薄板が得られることを知見し、この発明を完成した。

【0011】すなわち、この発明は、 $300\mu\text{m}$ 以下の微細な平均結晶粒径を有する珪素鋼板を圧延した後、真空蒸着法やスパッター法、CVD (Chemical Vapor Deposition) 法等により圧延珪素鋼板の両面にAlを含浸させた後、焼き鈍しを施して拡散浸透させることにより、非常に薄くて磁気特性にも優れた薄板が得られるセンダスト薄板の製造方法である。

【0012】

【発明の実施の形態】この発明は、焼結体としてあるいは熔融急冷することにより、従来の熔融徐冷した珪素鋼よりも微細化した平均結晶粒径が $300\mu\text{m}$ 以下と微細化した珪素鋼の圧延素材を作製し、これを冷間圧延し、得られた該圧延珪素鋼板の両面に真空蒸着法、スパッター法、CVD法などにより、Alを付着させた後、熱処理して薄板内部まで拡散させることにより、非常に優れた磁気特性を有するセンダスト薄板を得る製造方法である。

【0013】使用原料

この発明において、素材の珪素鋼の成分としては、Fe中のSiの含有量が8.3~11.7wt%で、Alの含有量が0~2wt%の所要組成からなることが望ましい。該使用原料粉末としては、Fe粉末とFe-Si粉末あるいはFe粉末とFe-Si-Al粉末を所定の割合で配合した混合粉、もしくは所定の組成を有するFe-Si化合物やFe-Si-Al化合物粉末を使用する方法がある。

【0014】該混合粉末原料としては、所望組成よりも多くのSiを含有した、脆性破壊しやすい成分のFe-Si化合物のガスアトマイズ粉末もしくは該成分を有するインゴットを粉砕してジェットミル粉砕した粉末とカーボニル鉄粉を所定の割合で配合した混合粉末、あるいは所望組成よりも多くのSiを含有した、脆性破壊しやすい成分にAlを微量添加したFe-Si-Al化合物のガスアトマイズ粉末もしくは該成分を有するインゴットを粉砕してジェットミル粉砕した粉末とカーボニル鉄粉を所定の割合で配合した混合粉末が望ましい。

【0015】また使用するFe-Si-(Al)化合物としては、 β 相の Fe_2Si 化合物や ϵ 相の FeSi 化合物、さらに β 相の FeSi_2 化合物が脆性破壊しやすいので、好ましい。Fe-Si化合物中のSi含有量としては、20wt%~51wt%が好ましい。Si含有量がこの範囲外となると、非常に酸化しやすくなり、磁気特性の劣化を引き起こす。またFe-Si化合物中のAl含有量としては、0~6.0wt%が好ましい。Al含有量がこの範囲外となると、冷間圧延時にヒビ、ワレが発生しやすくなると同時に、更に酸化しやすくなるので、磁気特性の劣化を招く。

【0016】Fe-Si化合物やFe-Si-Al化合物の粉末の平均粒度は $3\mu\text{m}$ ~ $100\mu\text{m}$ の範囲が最も

望ましく、平均粒度が $3\mu\text{m}$ 未満では、粉末自体に多量の酸素を含有しやすくなり、磁気特性が劣化し、また $100\mu\text{m}$ を超える場合は、焼結体がポーラスになりやすく焼結密度が低下するので、冷間圧延時にヒビ、ワレ発生の原因になる。

【0017】一方、カーボニル鉄粉は、市販の3~ $10\mu\text{m}$ の粒径を有し、できるだけ酸素量の少ない粉末が望ましい。いずれにしてもFe粉末とFe-Si化合物粉末あるいはFe粉末とFe-Si-Al化合物粉末の混合粉末の酸素含有量は、少なければ少ないほど良いが、少なくとも3000ppm以下が望ましい。

【0018】所望の組成を有する原料粉末を使用する場合は、初めから該成分を含有したガスアトマイズ粉もしくは水アトマイズ粉が適しており、その平均粒度は、 $10\sim 100\mu\text{m}$ が望ましい。また使用する原料粉末の含有酸素量は、少なければ少ないほど良いが、少なくとも3000ppm以下が望ましい。

【0019】上記アトマイズ粉の平均粒度が $10\mu\text{m}$ 未満では、焼結体の密度は向上するが、粉末自体に多量の酸素を含有するので、冷間圧延時にヒビ、ワレ発生の原因になりやすく、且つ磁気特性の劣化の原因にもなる。また平均粒度が $100\mu\text{m}$ を超える場合は、焼結体がポーラスになりやすく焼結密度が低下するので、これも冷間圧延時のヒビ、ワレ発生の原因になる。

【0020】また、この発明において、素材が珪素鋼の溶解鋼板の場合には、前述の成分を含有するように配合、溶解すれば、使用原料として利用できる。

【0021】圧延前の珪素鋼

圧延前の焼結体の作製には、粉末冶金の手法が採用できるが、金属射出成形、圧粉成形、スリップキャスト法等による焼結体あるいはホットプレスやプラズマ焼結等の熱間成形法による焼結体の作製が適している。

【0022】具体的には、金属射出成形、圧粉成形、スリップキャスト成形は、珪素鋼粉末にバインダーを添加し成形する方法であり、成形後、脱バインダー、焼結を行って作成する方法である。また、熱間成形法は、炭素金型の中に原料粉末を入れ、熱間中($1000^\circ\text{C}\sim 1300^\circ\text{C}$)で圧力をかけて成形と焼成を同時に行う方法である。

【0023】一般に該成分の珪素鋼粉末は、Siを含有するために非常に酸化しやすく、また成形用にバインダーを使用すると特に酸化したり、炭化したりするので、脱バインダーと焼結時の雰囲気制御は不可欠である。また、酸化や炭化した焼結体は硬く、脆くなるので、冷間圧延すると、ヒビ、ワレが発生すると同時に焼き鈍し後の磁気特性も著しく低下する。このために焼結体中に含まれる酸素量と炭素量は、それぞれ3000ppmと200ppm以下が望ましい。

【0024】焼結温度は、組成、平均粒度、成形方法等によって異なるが、平均結晶粒径が $300\mu\text{m}$ 以下にな

るように、1150℃から1300℃の温度で不活性ガス雰囲気中、水素ガス雰囲気中、真空中で焼結雰囲気は、成形方法に応じて使い分けられれば良い。しかし出来る限り焼結時の変形を防止しなければ、冷間圧延時のヒビ、ワレ発生の原因になる。

【0025】一方、溶解珪素鋼素材は、所定の成分で配合して高周波溶解した後、水冷式の鋳込み厚みが5mm以下の薄い鋳型に溶解珪素鋼を流し込み、急冷して微細な結晶粒径を有する珪素鋼板となすものであり、特に厚みを薄くした方が微細な結晶粒径の珪素鋼素材を作製しやすくなる。

【0026】圧延

珪素鋼は、一般の金属と比べて硬くて脆い性質があるために、冷間圧延用のロール径とその周速度は、圧延前の板厚とその平行度によって変える必要がある。つまり圧延前の板厚が厚く、平行度が悪ければ、小さいロール径で、しかも低周速度で圧延しなければならない。

【0027】しかし逆に板厚が薄く、平行度さえ良ければ、この条件はかなり緩和される。特に熱間圧延の場合には、珪素鋼は組成変形しやすくなるので、ロール径と周速度の条件は、冷間圧延に比べて大幅に緩和される。冷間圧延前に熱間圧延をすることは有効であるが、最終的には冷間圧延を行わなければ、薄板の圧延は不可能となる。表面層が酸化し磁気特性が劣化するためである。いずれの方法でも圧延前の鋼板の平行度を0.5mm以下にしなければ、良好な圧延珪素鋼板は作製できない。

【0028】この発明では、珪素鋼の平均結晶粒径300μm以下の場合、圧延前の板厚が5mm以下で平行度0.5mm以下の珪素鋼板では、ロール径は60φ以下で、ロール周速度60mm/sec以下の条件であれば、冷間圧延工程の間に焼き鈍し工程を入れずに、ヒビ、ワレが起きずに冷間圧延できることがわかった。

【0029】この発明において、珪素鋼板の板厚が1mm以下になれば、ロール径のさらに小さいロールで圧延した方が、圧延効率と厚み寸法精度が向上し、しかもヒビ、ワレも発生しにくくなる傾向がある。

【0030】珪素鋼の平均結晶粒径300μmを超える場合には、ロール径とロール周速度に関係なく、圧延時にヒビ、ワレが発生する。また平均結晶粒径5μm未満の珪素鋼板の作製は、粉末冶金的な焼結法でのみ作製可能であり、それは焼結温度を下げるか、成形密度を下げて焼結する方法であるが、いずれの方法でも気孔率の高い焼結体になるので、圧延時に必ずヒビ、ワレが発生する。

【0031】圧延後の板厚は、1mm以下にした方が蒸着後のA1は珪素鋼板内部まで拡散し易い。さらに最適圧延条件下では、50μmの板厚まで簡単に冷間圧延できることがわかった。

【0032】また上記の方法で圧延した珪素鋼板は、圧延後に切断機、打抜機による加工が可能であり、加工後

に後述のA1含浸を行うことにより、種々の形状のセンダスト薄板の製品対応が可能である。

【0033】この発明による圧延珪素鋼板は、通常の(110)面を集合組織とする方向性珪素鋼板とは違って、(100)面を集合組織とする方向性珪素鋼板の特徴を有する。

【0034】A1含浸

所望の組成のセンダスト薄板を作製するために、シート状の圧延珪素鋼板の両面に、A1を含浸させるが、具体的にはA1を真空蒸着法、スパッター法、CVD法等により、拡散後所定の組成になるように付着、成膜する。A1の付着、成膜量は、拡散後の最終成分がA1:2~6wt%、Si:8~11wt%、残部Feとなるように適宜決定するとよい。

【0035】上記の付着、成膜条件は、圧延珪素鋼板の板厚、組成、蒸着方法によって異なるが、冷間圧延後表面を清浄にした珪素鋼板に直接蒸着した方がA1は均一に拡散しやすく、磁気特性も向上しやすい特徴がある。つまり、圧延後の結晶粒径は焼き鈍し後の結晶粒径に比べて小さく、また残留結晶歪みが大きいために、A1が粒界拡散し易いということである。

【0036】さらにこの発明の圧延珪素鋼板は、通常の(110)面を集合組織とする方向性珪素鋼板とは違って、(100)面を集合組織とする方向性珪素鋼板の特徴を有し、圧延面が最密面ではないので、蒸着後の熱処理時に結晶粒内拡散も起こし易い利点もある。

【0037】焼き鈍し

この発明によるA1を着設した珪素鋼板の焼き鈍しは、例えば蒸着したA1を鋼板内部まで拡散浸透させ、できるかぎり均一組成のセンダスト薄板を作製するために行うものである。すなわち、従来では、圧延珪素鋼板の焼き鈍しは、圧延時のヒビ、ワレ防止のために、何回か圧延した後に必ず行われていたが、この発明では、A1の拡散浸透と磁壁移動の障害となる結晶粒界を減らし、保磁力を低下させて透磁率の向上を目的に、結晶粒径の粗大化を狙ったものである。

【0038】この発明において、焼き鈍しの熱処理温度は、珪素鋼板の組成とA1の付着量、さらに圧延前の平均結晶粒径によって適宜選定する必要がある。この温度は、真空中で熱処理する場合には、1000~1100℃と低く設定し、不活性ガス雰囲気中で熱処理する場合には、1100~1200℃の僅かに高い温度に設定し、A1が拡散浸透した後に、1200~1300℃の温度に昇温して結晶粒径を粗大化させるような熱処理工程が適している。

【0039】真空中ではこの焼き鈍し温度が高過ぎると、A1が鋼板から蒸発して拡散浸透し難くなる。A1が拡散した後の温度が高過ぎると、結晶粒が異常粒成長しすぎて鋼板が非常に脆くなり、逆に温度が低過ぎると、粒成長しないために、磁気特性が向上しなくなるの

で、上記温度範囲が最適温度である。上記温度での焼き鈍しによって平均結晶粒径は、約0.5～3mmにまで成長させることができる。この焼き鈍しによってセンダスト薄板の磁気特性は、通常の溶製材に近い特性が得られることを確認した。

【0040】従来、センダスト合金は、硬くて脆いことにより、圧延困難で薄板状のシート材を作製することは不可能とされてきた。しかし、この発明では、出発原料としてFe粉とFe-Si粉末あるいはFe粉とFe-Si-Al粉末を所定の割合で配合した混合粉もしくは所望組成の粉末を用いて、平均結晶粒径300μm以下の焼結体あるいは溶解急冷薄板を5mm以下の厚みで作製することにより、結晶粒界の滑り性を向上させることができ、冷間圧延が可能になった。

【0041】さらにこの発明では、前記圧延珪素鋼板の両面にAlを付着、成膜した後、熱処理してAlの拡散と結晶粒の粗大化を図ることにより、センダスト薄板としての磁気特性は、従来の溶製材とほぼ同等になり、磁気特性の優れたセンダスト薄板が作製できることを確認した。

【0042】また、素材の圧延珪素鋼板は、圧延後の切断、打抜等の加工が可能であり、各種用途に応じて種々の形状のセンダスト薄板の製品が作製できるので、低コストで高特性、高寸法精度のセンダスト薄板の作製が可能である利点を有する。

【0043】

【実施例】実施例1

焼結珪素鋼板の原料粉末として、表1に示すような成分のFe-Si化合物とFe-Si-Al化合物になるように高周波溶解してインゴットを作製した後、粗粉碎、ジェットミル粉碎して表1に示すような平均粒度の粉末を作製した。

【0044】また、鉄粉末として表1に示すような成分と平均粒度のカーボニル鉄粉を使用した。Fe-Si化合物あるいはFe-Si-Al化合物とカーボニル鉄粉を表2に示すような割合で配合した後、Vコーンで混合した。

【0045】さらに所望組成の粉末としては、表3に示すような成分と平均粒度のガスアトマイズ粉末を使用した。各原料粉末に表4に示すような添加量でPVA（ポリビニルアルコール）バインダー、水、可塑剤を添加し、スラリー状となし、該スラリーを完全密閉型スプレ

ードライヤー装置により窒素ガスで熱風入口温度100℃、出口温度40℃に設定して造粒を行った。

【0046】平均粒径約80μmの該造粒粉を圧縮プレス機で圧力2ton/cm²で表5に示すような形状に圧粉成形した後、真空中で表5に示すような脱バインダー、焼結温度で焼結を行って表6に示す寸法の焼結体を得た。得られた焼結体の平行度、残留酸素量、残留炭素量、平均結晶粒径、相対密度を表7に示す。

【0047】表8に示す寸法の焼結体をまず外径60mmの2段ロールで、ロール周速度60mm/secで圧延率50%まで冷間圧延した後、さらに外径20φの4段ロールにより同一ロール周速度で表8に示す厚みまで冷間圧延した。その圧延状態を表9に示す。

【0048】また圧延後、20φ×10φのリングを打ち抜いた後、鋼板の両面にAlを表10に示す厚みで真空蒸着し、表10に示すような焼き鈍し温度で熱処理をして直流磁気特性を測定した。その結果を表11に示す。表9中の圧延状態で、◎は非常に良好、○は良好、△は圧延板の端面にヒビ発生、×は全面にワレ発生を表す。

【0049】実施例2

表3に示すような成分の熔融珪素鋼を高周波溶解した後、水冷した厚み5mmの薄板状の鑄型に流し込み、急冷して50×50×5mmの鋼板と水冷せずに徐冷した鋼板を作製した。得られた鋼板の残留酸素量、残留炭素量、平均結晶粒径、相対密度を表6に示す。

【0050】冷間圧延前に、圧延時のワレ、ヒビ防止のために、50×50mmの両面をサーフェイスグラインダーで表面の凹凸を除去した鋼板（実施例No. 18、19）と研磨をしない鋼板（実施例No. 17）を準備した。実施例1と同一冷間圧延条件で表8に示す厚みまで圧延した結果を表8に示す。

【0051】また圧延後、20φ×10φのリングを打ち抜いた後、鋼板の両面にAlを表9に示す厚みで真空蒸着し、表9に示すような焼き鈍し温度で熱処理をして直流磁気特性を測定した。その結果を水冷せずに作製した溶製材の磁気特性と比較して表10に示す。

【0052】磁気特性の比較例として通常のFe-6.5Siとセンダスト合金の溶製材の磁気特性を表10に示す。

【0053】

【表1】

	素原料	Si含有量	Al含有量	化合物	平均粒度	残留O,C量(wt%)	
	No.	(wt%)	(wt%)		(μm)	O	C
Fe-Si-Al 化合物 粉末	1	20.1	0.0	$\text{Fe}_2\text{Si}(\beta)$	6.4	0.040	0.007
	2	33.5	0.0	$\text{FeSi}(\epsilon)$	4.8	0.060	0.013
	3	33.5	2.0	$\text{FeSi}(\epsilon)$	4.9	0.090	0.017
	4	33.5	6.0	$\text{FeSi}(\epsilon)$	4.7	0.120	0.018
	5	50.1	1.0	$\text{FeSi}_2(\zeta\beta)$	3.6	0.130	0.025
Fe粉末	6	-	-	Fe	5.8	0.240	0.023

注)化合物中の()内の $\beta, \epsilon, \zeta\beta$ はFe-Si化合物の結晶相を表す。

【0054】

【表2】

	原料 No.	組成 (wt%)			Fe-Si-Al化合物粉末と鉄粉の配合重量 (wt%)		
		Fe	Si	Al	素原料No	Fe-Si-Al(wt%)	Fe(wt%)
実 施 例 1	1	91.7	8.3	0.0	1	41.3	58.7
	2	90.0	10.0	0.0	1	29.9	70.1
	3	88.3	11.7	0.0	2	34.9	65.1
	4	89.4	10.0	0.6	3	29.9	70.1
	5	88.2	10.0	1.8	4	29.9	70.1
	6	89.8	10.0	0.2	5	20.0	80.0

【0055】

【表3】

	原料 No.	Si含有量	Al含有量	平均粉末粒度	残留O,C量 (wt%)	
		(wt%)	(wt%)	(μm)	O	C
粉末原料	7	8.3	0.0	25	0.067	0.027
	8	10.0	0.0	30	0.089	0.027
	9	11.7	0.0	28	0.103	0.030
	10	10.0	2.0	30	0.120	0.033
	11	10.0	3.0	30	0.150	0.045
溶解原料	12	10.0	1.0	-	0.004	0.001

【0056】

40 【表4】

	バインダー添加量		
	ポリマー	可塑剤	水
実施例1	ポリビニールアルコール:0.5wt%	グリセリン:0.1wt%	水:54wt%

【0057】

【表5】

	N o.	サンプル No.	成形体寸法 (mm)	脱バインダー条件			焼結条件		
				雰囲気	温度 (℃)	時間 (H)	雰囲気	温度 (℃)	時間 (H)
実 施 例 1	1	1	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	2	2	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	3	2	60×60×5.8	真空	500	2	真空	1200	3
	4	2	60×60×11.8	真空	500	2	真空	1200	3
	5	3	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	6	4	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	7	5	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	8	5	60×60×1.2	真空	500	2	水素	1200	3
	9	6	60×60×1.2	真空	500	2	水素	1200	3
	10	7	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	11	8	60×60×1.2	真空	500	2	水素	1200	3
	12	9	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	13	10	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3
	14	10	60×60×5.8	真空	500	2	真空	1200	3
	15	10	60×60×11.8	真空	500	2	真空	1200	3
	16	11	60×60×1.2	真空	500	2	真空	1200	3

【0058】

【表6】

【0059】
【表7】

	No.	サンプル No.	圧延前寸法 (mm)	平行度 (mm)
実 施 例 1	1	1	50×50×1.0	0.33
	2	2	50×50×1.0	0.34
	3	2	50×50×5.0	0.18
	4	2	50×50×10.0	0.12
	5	3	50×50×1.0	0.37
	6	4	50×50×1.0	0.32
	7	5	50×50×1.0	0.34
	8	5	50×50×1.0	0.36
	9	6	50×50×1.0	0.30
	10	7	50×50×1.0	0.34
	11	8	50×50×1.0	0.30
	12	9	50×50×1.0	0.35
	13	10	50×50×1.0	0.37
	14	10	50×50×5.0	0.17
	15	10	50×50×10.0	0.12
	16	11	50×50×1.0	0.37
実 施 例 2	17	12	50×50×5.0	0.65
	18	12	50×50×5.0	0.08
	19	12	50×50×5.0	0.09

注1) 平行度は長さ50mmに対するそり量を表す。

注2) 実施例No.18,19はサーフェイス研磨後の平行度を表す。

注3) 実施例No.19は水冷せずに徐冷した溶解鋼板を表す。

		残留酸素・炭素量(wt%)		平均結晶粒径 (μm)	相对密度 (%)
		O	C		
実 施 例 1	1	0.1800	0.007	72	99
	2	0.2100	0.007	79	99
	3	0.2100	0.007	63	99
	4	0.2100	0.007	56	99
	5	0.2200	0.008	84	99
	6	0.1700	0.010	80	99
	7	0.2000	0.010	86	99
	8	0.2100	0.010	370	100
	9	0.1800	0.010	90	99
	10	0.2000	0.012	113	99
	11	0.2000	0.012	105	99
	12	0.1900	0.010	110	99
	13	0.2200	0.010	124	99
	14	0.2200	0.010	103	99
	15	0.2200	0.010	94	99
	16	0.2400	0.012	146	99
実 施 例 2	17	0.004	0.001	230	100
	18	0.004	0.001	230	100
	19	0.004	0.001	3400	100

【 0 0 6 0 】

【表 8】

	No.	サンプル No.	圧延後の厚 (mm)	相対密度 (%)	圧延状態
実 施 例 1	1	1	0.1	100	◎
	2	2	0.1	100	◎
	3	2	0.9	100	○
	4	2	0.9	-	△
	5	3	0.1	100	◎
	6	4	0.1	100	◎
	7	5	0.1	100	◎
	8	5	0.1	100	◎
	9	6	0.1	100	◎
	10	7	0.1	100	○
	11	8	0.1	-	×
	12	9	0.1	100	◎
	13	10	0.1	100	◎
	14	10	0.9	100	○
	15	10	0.9	-	△
	16	11	0.1	-	×
実 施 例 2	17	12	0.9	-	△
	18	12	0.9	100	◎
	19	12	0.9	-	×

【0061】

【表9】

	No.	サンプル No.	圧延後 の厚 (mm)	Al蒸着 膜厚 (μm)	焼き鈍し条件		
					雰囲気	拡散温度 ($^{\circ}\text{C} \times 3\text{H}$)	粒成長温度 ($^{\circ}\text{C} \times 3\text{H}$)
実施例 1	1	1	0.1	6	真空	1050	1250
	2	2	0.1	6	Ar	1100	1250
	3	2	0.9	10	Ar	1150	1300
	4	2	-	-	-	-	-
	5	3	0.1	6	Ar	1100	1250
	6	4	0.1	5	真空	1050	1250
	7	5	0.1	10	Ar	1150	1300
	8	5	-	-	-	-	-
	9	6	0.1	5	真空	1100	1250
	10	7	0.1	6	Ar	1150	1250
	11	8	-	-	-	-	-
	12	9	0.1	7	Ar	1150	1250
	13	10	0.1	8	真空	1100	1300
	14	10	0.9	5	真空	1100	1250
	15	10	-	-	-	-	-
	16	11	-	-	-	-	-
実施例 2	17	12	-	-	-	-	-
	18	12	0.6	10	Ar	1150	1300
	19	12	-	-	-	-	-
比較例	20	-	-	-	-	-	-
	21	-	-	-	-	-	-

【0062】

【表10】

	No.	平均結晶 粒径 (mm)	Si,Al成分		磁気特性		
			Si(wt%)	Al(wt%)	μ_i	Bs(T)	iHc(Oe)
実施例 1	1	1.5	8.0	2.1	4500	1.31	0.09
	2	1.3	9.7	2.1	4700	1.14	0.09
	3	2.1	10.0	0.4	3200	1.28	0.13
	4	-	-	-	-	-	-
	5	1.5	9.7	2.1	4000	1.24	0.10
	6	1.8	9.8	2.4	5700	1.18	0.09
	7	2.4	9.6	5.4	28000	1.09	0.03
	8	-	-	-	-	-	-
	9	1.7	9.9	2.0	4700	1.20	0.08
	10	1.7	8.0	2.1	4500	1.31	0.09
	11	-	-	-	-	-	-
	12	1.8	11.0	2.4	5000	1.17	0.08
	13	2.8	9.7	4.9	18000	1.10	0.04
	14	1.6	9.9	2.4	5200	1.18	0.07
	15	-	-	-	-	-	-
	16	-	-	-	-	-	-
実施例 2	17	-	-	-	-	-	-
	18	2.5	9.8	2.1	4800	1.11	0.08
	19	-	-	-	-	-	-
比較例	20	-	6.5	-	3000	1.22	0.14
	21	-	9.6	5.4	32000	1.09	0.03

【0063】

【発明の効果】従来からセンダストの薄板の製造は困難とされてきたが、予め平均結晶粒径を微細化し、圧延前の板厚を薄くして厚み 5 mm 以下の薄板状の珪素鋼の焼結体あるいは溶解塊を作製し、かつ薄板の平行度を上げることにより、結晶粒界の滑り性が向上し、冷間圧延と打抜き加工が可能となり、さらに圧延後該薄板の両面に

Al を蒸着した後、熱処理によって Al を該薄板の内部まで拡散浸透させると同時に結晶粒径を粗大化させることにより、溶製材と同等の優れた磁気特性を有するセンダスト薄板が得られ、極めて薄いセンダスト板が容易に量産できる。従って、今後このセンダストはトランスやヨーク材等、広範囲にわたってその用途は飛躍的に拡大するものと予想される。

フロントページの続き

(72)発明者 能見 正夫

大阪府三島郡島本町江川 2 丁目15-17 住
友特殊金属株式会社山崎製作所内

(72)発明者 西郷 恒和

大阪府三島郡島本町江川 2 丁目15-17 住
友特殊金属株式会社山崎製作所内